

⑬ Int. Cl.⁴B 23 K 35/363
1/00
H 05 K 3/24

識別記号

庁内整理番号

6919-4E
W-6919-4E
B-6736-5F※

⑭ 公開 昭和63年(1988)11月22日

審査請求 未請求 請求項の数 13 (全7頁)

⑮ 発明の名称 導体板製造における融剤及び再融解液としてのアルキレンオキシド付加物

⑯ 特 願 昭63-101522

⑰ 出 願 昭63(1988)4月26日

優先権主張 ⑱ 1987年4月29日 ⑲ 西ドイツ(DE) ⑳ P 37 14 269.0

㉑ 発 明 者 クラウス・グラーゼル ドイツ連邦共和国6704ムッターシュタット・ノイウエーク
14㉒ 出 願 人 ビーエーエスエフ・ア ドイツ連邦共和国6700ルードウィツヒスハーフェン・カー
クチエンゲゼルシャフ ル・ボツシュ・ストラッセ38
ト㉓ 代 理 人 弁理士 小林 正雄
最終頁に続く

明 細 書

発明の名称

導体板製造における融剤及び再融解液としてのアルキレンオキシド付加物

特許請求の範囲

1. 3～10個の炭素原子を有する3～6価の脂肪族アルコールを、2～4個の炭素原子を有するアルキレンオキシド2～7モル(脂肪族アルコールの1モルに対するアルコール基の量)と反応させることにより得られ、そしてアルキレンオキシドの全量に対するエチレンオキシドの含量が60～100モル%であるアルキレンオキシド50～95重量%、及び9～13個の炭素原子を有する直鎖状又は少し分岐状の1価脂肪族アルコールと、2～4個の炭素原子を有するアルキレンオキシド5～25モル(アルキレンオキシドの全量に対するエチレンオキシドの含量は80～100モル%)からのアルキレンオキシド付加物7～50重量%からの混合物を、

導体板製造における融剤又は再融解液のための基礎物質として使用する方法。

2. 3～6個の炭素原子を有する3～6価の脂肪族アルコールを、エチレンオキシド2～7モルあるいはエチレンオキシド及びプロピレンオキシド及び/又はブチレンオキシド(アルキレンオキシドの全量に対するプロピレンオキシド及び/又はブチレンオキシドの量は最高30モル%)2～7モル(いずれも脂肪族アルコール1モルに対するアルコール基の量)と反応させることにより得られた3～6価の脂肪族アルコールのアルキレンオキシド付加物を使用する、第1請求項に記載の方法。
3. グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリトリット又はソルビットを、アルコール1モルに対し3～5モル(アルコール基として)のエチレンオキシド又はエチレンオキシド85～95モル%及びプロピレンオキシド15～5モル%の混合物としてのアルキレンオキシド3～5モルと反応させることにより得られた3～

- 6 価の脂肪族アルコールのアルキレンオキシド付加物を使用することを特徴とする、第1又は第2請求項に記載の方法。
4. 9～13個の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状の1価脂肪族アルコールとエチレンオキシド8～15モル又はエチレンオキシド及びプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシド8～15モル(アルキレンオキシドの全量に対するプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドの量は最高20モル%)とからのアルキレンオキシド付加物を使用することを特徴とする、第1請求項に記載の方法。
5. 3～10個の炭素原子を有する3～6価の脂肪族アルコールを、その1モルに対し2～7モル(アルコール基として)の2～4個の炭素原子を有するアルキレンオキシドと反応させることにより得られるアルキレンオキシド付加物50～93重量%、及び9～13個の炭素原子を有する直鎖状又は少し分岐状の1価脂肪族アルコールと2～4個の炭素原子を有するアルキレンオキ

- 3 -

- シドのエチレンオキシド又はエチレンオキシド85～95モル%及びプロピレンオキシド15～5モル%の混合物としてのアルキレンオキシド3～5モルと反応させることにより得られた3～6価の脂肪族アルコールのアルキレンオキシド付加物を使用することを特徴とする、第5又は第6請求項に記載の方法。
8. 9～13個の炭素原子を有する直鎖状又は少し分岐状の1価脂肪族アルコールとエチレンオキシド8～15モル又はエチレンオキシド及びプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシド8～15モル(アルキレンオキシドの全量に対するプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドの量は最高20モル%)とからのアルキレンオキシド付加物を使用することを特徴とする、第5請求項に記載の方法。
9. 3～10個の炭素原子を有する3～6価の脂肪族アルコールを、その1モルに対し2～7モル(アルコール基として)の2～4個の炭素原子を有するアルキレンオキシドと反応させることによ

- 5 -

シド5～25モル(エチレンオキシドの含量はアルキレンオキシドの全量に対し80～100モル%)からのアルキレンオキシド付加物7～50重量%からの混合物を基礎とする再融解液を使用することを特徴とする、導体板の製造における錫-鉛合金の再融解法。

6. 3～6個の炭素原子を有する3～6価の脂肪族アルコールを、エチレンオキシド2～7モル又はエチレンオキシド及びプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシド(アルキレンオキシドの全量に対するプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドの量は最高30モル%)2～7モル(いずれも脂肪族アルコール1モルに対するアルコール基の量)と反応させることにより得られた3～6価の脂肪族アルコールのアルキレンオキシド付加物を使用することを特徴とする、第5請求項に記載の方法。
7. グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリトリット又はソルビットを、アルコール1モルに対し3～5モル(アルコール基として)

- 4 -

- り得られるアルキレンオキシド付加物50～93重量%、及び9～13個の炭素原子を有する直鎖状又は少し分岐状の1価脂肪族アルコールと2～4個の炭素原子を有するアルキレンオキシド5～25モル(エチレンオキシドの含量はアルキレンオキシドの全量に対し80～100モル%)からのアルキレンオキシド付加物7～50重量%からの混合物を基礎とする融剤を用いて、導体板を錫メッキする前に処理することを特徴とする、導体板の加熱錫メッキ法。
10. 3～6個の炭素原子を有する3～6価の脂肪族アルコールを、エチレンオキシド2～7モル又はエチレンオキシド及びプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシド(アルキレンオキシドの全量に対するプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドの量は最高30モル%)2～7モル(いずれも脂肪族アルコール1モルに対するアルコール基の量)と反応させることにより得られた3～6価の脂肪族アルコールのアルキレンオキシド付加物を使用することを特徴

- 6 -

とする、第9請求項に記載の方法。

11. グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタエリトリット又はソルビットを、アルコール1モルに対し3〜5モル(アルコール基として)のエチレンオキシド又はエチレンオキシド85〜95モル%及びプロピレンオキシド15〜5モル%の混合物としてのアルキレンオキシド3〜5モルと反応させることにより得られた3〜6価の脂肪族アルコールのアルキレンオキシド付加物を使用することを特徴とする、第9又は第10請求項に記載の方法。
12. 9〜13個の炭素原子を有する直鎖状又は少し分岐状の1価脂肪族アルコールとエチレンオキシド8〜15モル又はエチレンオキシド及びプロピレンオキシド及び/又はブチレンオキシド8〜15モル(アルキレンオキシドの全量に対するプロピレンオキシド及び/又はブチレンオキシドの量は最高20モル%)とからのアルキレンオキシド付加物を使用することを特徴とする、第9請求項に記載の方法。

- 7 -

銅表面を焼き取り、その際錫-鉛合金は腐食抵抗として作用する。こうして表面は錫-鉛層により保護されているが、側面は保護されていない銅-導体板が得られる。熱による後処理によつて、錫-鉛合金は溶融し、銅板の側面も覆われる。導体板を温度が錫-鉛合金の融点より高い液体中に浸漬するか、あるいはこれを液体でぬらすためには、例えば熱源としての赤外線照射により再融解に必要な温度に加熱する。この場合に用いられる液体を再融解液という。

第二の方法によれば、導体板をいわゆるハンダ付け停止マスク例えば重合体膜で保護する。この場合はハンダ表面を保護する必要はないが、ハンダ付け停止マスクにより覆われていないで後から溶解される接触面及びハンダ付け点は、ハンダ付け可能にされねばならない。このためには導体板を溶融したハンダ(普通は錫-鉛ハンダ)に短時間浸漬する。その際ハンダ付け停止マスクで覆われていない位置でいわゆる加熱錫メッキが起こる。この浸漬処理の前に導体板を

13. 第1請求項に記載のアルキレンオキシド付加物及び普通の添加物からの混合物から本質的に成る、導体板製造用の融剤又は再融解液。

発明の詳細な説明

本発明は、1価又は多価脂肪族アルコールのアルキレンオキシド付加物の混合物を、導体板製造時に融剤又は再融解液として使用すること、ならびにこれを使用して導体板を製造する方法に関する。

導体板を製造する場合には、それがハンダ付けされる位置で接触面又は接触点のハンダ付け能力を確実にするために、材料板を腐食から保護することが必要である。そのためには普通は材料板を、錫-鉛合金(ハンダ)で被覆する。これは2種の普通の専門家に既知の方法で行われる。

第一の方法(基礎処理法)による導体板の製造においては、材料板上で電気メッキにより銅上に錫-鉛合金を析出させる。次いで unnecessary

- 8 -

融剤に浸漬するが、次のことが必要である。

融剤は導体板をぬらしうることが必要である。錫メッキされる面上にきれいな酸化物のない銅表面を造るためには、溶剤に活性化剤を添加することが可能でなければならない。融剤は使用する装置の加熱帯域中で良好な熱伝導性を有すべきである。さらにハンダ付け停止マスク上へのハンダの隅つた沈着が防止されるべきである。

溶融ハンダに浸漬したのち過剰のハンダを空気流により除去し(熱風レベリング)、あるいはハンダ浴に融剤層を重ね、融剤中に流れを起こしてハンダの過剰を除去する(熱油レベリング)。これによつて好ましい融剤は多数の機能を満足することが知られる。

工業的に用いられる再融解液及び融剤(普通は有機液体)は、導体板から問題なしに除去できるものであることを必要とする。これは熱に安定であり、そして高温において煙や有毒ガス又は分解物を発生しないことが必要である。これは難燃性であることも必要である。そのほか

- 9 -

- 519 -

- 10 -

Rest Available Copy

これは導体板によくぬれることが可能で、好ましくは水に溶解し又は水と混合可能であり、そして添加物例えば銅に還元する作用を有する活性剤と混合可能である。これは廃水中でできるだけ泡を生ずることがなく、生物によりよく分解されるべきである。

再融解の場合は、浴中で比較的長時間にわたり熱に安定で、固形の不溶の分解生成物を生じないことが特に重要であるが、融剤の場合は、ハンダの誤った沈着が避けられ、そして粘度が装置の要求と一致することが特に好ましい。

前記の要求を解決するためには、普通はアルキルフェノールエトキシレート又はポリエチレングリコール又はエチレングリコール・プロピレングリコール・ブロック共重合体を基礎とする再融解油又は融剤が用いられるが、多くの欠点がある。すなわちノニルフェノールエトキシレートからは、廃水中に魚毒性の分解物が生じる。そのほかアルキルフェノールエトキシレートは水と混合すると、ある濃度でゲルを生じ、

- 11 -

あつた。

本発明はこの課題を解決するもので、3~10個好ましくは3~6個の炭素原子を有する3~6価の脂肪族アルコールを、2~4個の炭素原子を有するアルキレンオキシド2~7モル好ましくは3~5モル(脂肪族アルコールの1モルに対するアルコール基の量)と反応させることにより得られ、そしてアルキレンオキシドの全量に対するエチレンオキシドの含量が60~100モル%であるアルキレンオキシド付加物50~95重量%好ましくは80~90重量%、及び9~13個の炭素原子を有する直鎖状又は少し分岐状の1価脂肪族アルコールと、2~4個の炭素原子を有するアルキレンオキシド5~25モル好ましくは8~15モル(アルキレンオキシドの全量に対するエチレンオキシドの含量は80~100モル%)^{から}のアルキレンオキシド付加物7~50重量%の混合物を、導体板製造における融剤又は再融解液のための基礎物質として使用する方法である。

本発明の混合物は、特に赤外線照射に使用す

- 13 -

導体板から洗浄除去し難くなる。ポリエチレングリコール又はエチレングリコール・プロピレングリコール・ブロック共重合体は、約200℃の温度で強く分解しやすいので、煙及び臭気を著しく発生する。例えば西独特許出願公開2741312号明細書には、ポリオキシエチレン及びポリオキシプロピレン及び/又はトリメチロールアルキレン誘導体からのブロック共重合体を基礎とする融剤が記載されている。この重合体は再融解液としては熱に対し安定でなく、水と混合すると同様に一部ゲル化し、これが導体板からの洗浄除去に悪影響を与える。

西独特許2739577号明細書には、3~6個の炭素原子を有する3~6価の脂肪族アルコールと5~20モルのエチレンオキシドから製造されたアルキレンオキシド付加物を、熱伝達剤特に純粋な加熱溶液体として使用しうることが記載されている。

本発明の課題は、導体板の製造において前記の要求を満たし、そして工業的に容易に入手しうる新規な融剤又は再融解液を開発することで

- 12 -

る場合の再融解液として、ならびに熱風レベルング法に使用するための融剤として有利に用いられる。

本発明はさらに、自体既知の手段により導体板を製造する場合に、前記のアルキレンオキシド付加物を使用することによる、錫-鉛合金の再融解法、ならびに導体板を加熱錫メッキする前に、前記のアルキレンオキシド付加物を基礎とする融剤を用いて処理することによる導体板の加熱錫メッキ法である。

融剤として使用する場合の処理とは、例えば浸漬、噴霧又はロール塗布を意味する。普通は表面1m²当たりの付着量は約30~100gである。

本発明はさらに、基礎成分として前記のアルキレンオキシド付加物の混合物のほか、普通の添加物を含有する融剤及び再融解液である。

本発明の混合物に用いられる脂肪族多価アルコールへのアルキレンオキシド付加物は、アルキレンオキシド単位に関しては、もつばらエチ

- 520 -

- 14 -

レンオキシドから、あるいはエチレンオキシドとプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドから構成されている。この場合のプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドの量は、アルキレンオキシドの全量に対し最高で30モル%である。

プロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドの好ましい量は式

$$(A+2B) \geq 30 \text{モル\%}$$

からも示すことができる。Aはアルキレンオキシドの全量に対するプロピレンオキシドの、Bはブチレンオキシドの各モル%を意味し、Aの値は0～30そしてBの値は0～15である。好ましい範囲としてのAの上限は30モル%、Bのそれは15モル%である。

好ましい多価アルコールは、グリセリン、トリメチロールプロパン、ペンタイト特にペンタエリトリット及びヘキサイト特にソルビットであり、各アルコール基へのアルキレンオキシ

- 15 -

少し分岐した脂肪族1価アルコールとは、特に側鎖中に1個又は2個のメチル基を有するもの、すなわち工業的合成によりそれらの混合物として得られるものである。

直鎖状又は少し分岐状の10～12個の炭素原子を有する脂肪族1価アルコールが好ましく、特に10個の炭素原子を有する直鎖状脂肪族アルコールとエチレンオキシド1:1モルの反応生成物があげられる。

本発明に用いられるアルキレンオキシド付加物の製造は既知であつて、詳しい説明は必要でない。種々のアルキレンオキシドを使用する場合に、これは統計的分布で存在する。次に詳細に説明する。

使用上特に高い熱安定性が要求される場合は、多価アルコールではもつぱらエチレンオキシドとの反応生成物が優れている。特に優れたものは、出発アルコール1モルへのエチレンオキシド3～4モル(アルコール基として)の付加物である。導体板への特に良好なぬれが望まれる

- 17 -

ド3～5モルの反応が特に好ましい。

本発明の混合物に用いられる脂肪族1価アルコールのアルキレンオキシド付加物は、アルキレンオキシド単位に関しては、もつぱらエチレンオキシドから、あるいはエチレンオキシドとプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドから構成される。この場合のプロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドの量は、アルキレンオキシドの全量に対し最高で20モル%である。

プロピレンオキシド及び／又はブチレンオキシドの好ましい量は式

$$(A+4B) \geq 20 \text{モル\%}$$

からも示すことができる。Aはアルキレンオキシドの全量に対するプロピレンオキシドの、Bはブチレンオキシドの各モル%を意味し、Aの値は0～20そしてBの値は0～5である。好ましい範囲としてのAの上限は20モル%、Bのそれは5モル%である。

- 16 -

ときは、アルキレンオキシド混合物例えばエチレンオキシド85～95モル%とプロピレンオキシド15～5モル%から成るアルコール基として3～5モルのアルキレンオキシドを有する混合物である。

基礎となるアルコールの選択によつて、アルキレンオキシド付加物の粘度を変えることができる。例えばグリセリンとトリメチロールプロパンを使用すると低い粘度が、ペンタエリトリットとソルビットを使用すると比較的高い粘度が得られる。

本発明に用いられる付加物は、特にその熱安定性、いずれの場合にも不溶のコークス化物の生成が少ないこと、水と任意に混合しうること、導体板からよく洗浄除去しうること、ならびに廃水中で泡が少なくかつ生物により分解しうることにより優れている。これは単独でも相互の混合物としても使用できる。良好な混合可能性によつて、他のものと混合して使用することもできる。

- 18 -

- 521 -

前記脂肪族1価アルコールのアルキレンオキシド付加物との混合物では、特に融剤として使用する場合に、改善されたぬれのほか、特に均一な錫メッキが得られる。このアルキレンオキシド付加物自体は、非イオン性界面活性剤として既知のものである。導体板のぬれを改善するために使用する場合、約1~4重量%の界面活性剤として普通の濃度範囲で効果が期待されたであろうが、この量の使用では効果がない。したがって7~50重量%好ましくは10~20重量%の高い含量で優れた結果が得られることは、全く予想外であつた。

本発明のアルキレンオキシド付加物の混合物を実際に使用する場合、普通の添加物として普通の活性剤を含有するアルキレンオキシド付加物相互の混合物を融剤及び再融解液として使用することも有利である。この場合その例は、有機酸の酸ハロゲン化物、脂肪族の直鎖状又は環状アミン例えばトリエチルアミン又はモルホリンの塩酸塩又は臭化水素酸塩、アミノ酸例え

ばグルタミン酸又はグリシン、場合により塩化水素又は臭化水素自体、ならびに脂肪族の1塩基性ないし3塩基性カルボン酸(水酸基により置換されていてもよい)例えば酢酸、しゅう酸、こはく酸、アジピン酸、乳酸、酒石酸又はくえん酸である。これらは場合により水溶液の形で添加される。再融解液として浴に添加する場合は、高温のため無水活性剤を用いて操作せねばならない。場合によつては特に赤外線再融解法により操作する場合は、易揮発性溶剤例えばイソプロパノールによる希釈も可能である。イソプロパノールに対し30~65重量%の量が好ましい。

融剤及び再融解液としての組成の例を下記に示す。

1. 熱風レベリングによる加熱錫メッキ用融剤：
72~95重量%本発明のアルキレンオキシド付加物混合物、
0.2~3.5重量%好ましくは1~2重量%活性剤(水不含)及び

- 19 -

4. 8~26重量%好ましくは10~20重量%水。
2. 熱風レベリングによる加熱錫メッキ用融剤又は浴中再融解用再融解液：
97.5~100重量%好ましくは98.5~99.1重量%本発明のアルキレンオキシド付加物混合物及び
0~2.5重量%好ましくは0.1~1.5重量%活性剤(水不含)。
3. IR再融解法用の再融解液：
35~70重量%好ましくは45~60重量%本発明のアルキレンオキシド付加物混合物、
0.1~2.5重量%好ましくは0.2~1.2重量%活性剤(水不含)、
0~20重量%好ましくは0~10重量%水及び
30~65重量%好ましくは40~50重量%イソプロパノール。

- 21 -

- 20 -

応用例

グリセリン1モルとエチレンオキシド11モルからの反応生成物34重量部、ソルビット1モルとエチレンオキシド25モルからの反応生成物34重量部、10個の炭素原子を有する直鎖状脂肪族アルコールとエチレンオキシド11モルからの反応生成物12重量部、グルタミン酸塩酸塩2重量部、濃塩酸(30重量%)3重量部及び水15重量部からの融剤としての混合物を、熱風レベリング法により加熱錫メッキに使用した。

出願人 ビーエーエスエフ・アクチエンゲゼルシャフト
代理人 弁理士 小林 正 雄

- 522 -

- 22 -

Best Available Copy

第1頁の続き

⑤Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

// H 05 K 3/34

E-6736-5F

⑫発明者	チユンイー・チャン	ドイツ連邦共和国6702バート・デュルクハイム・ヒンター ベルクシュトラッセ31
⑬発明者	エックハルド・ウイン クラ	ドイツ連邦共和国6704ムッターシュタット・ブファルツリ ング74
⑭発明者	ギユンター・ゴーツマ ン	ドイツ連邦共和国6710フランケンタール・マックス・ベツ クマン・シュトラッセ15
⑮発明者	ホルスト・トラップ	ドイツ連邦共和国6831ブランクシュタット・ヨハン・ゼバ スチアン・パツハ・シュトラッセ10ア

AN 1988-308866 [44] WPIDS
 DNN N1988-234436 DNC C1988-136584
 TI Fluxes and remelting liquids for circuit boards mfr. - contg. mixt. of adduct of poly hydric aliphatic alcohol with ethylene oxide and adduct of mono hydric aliphatic alcohol with ethylene oxide.
 DC A97 E17 L03 M23 P55 V04 X24
 IN GLASER, K; GOTSMANN, G; TRAPP, H; TSCHANG, C J; WINKLER, E
 PA (BADI) BASF AG
 CYC 7
 PI EP 288851 A 19881102 (198844) * GE 6
 R: DE ES FR GB IT NL
DE 3714269 A 19881110 (198846)
JP 63286291 A 19881122 (198901)
 ADT EP 288851 A EP 1988-106107 19880416; DE 3714269 A DE 1987-3714269 19870429; JP 63286291 A JP 1988-101522 19880426
 PRAI DE 1987-3714269 19870429
 REP No-SR. Pub
 IC B23K001-00; B23K035-36; C08L071-00; H05K003-34
 AB EP 288851 A UPAB: 19930923
 In remelting Sn-Pb alloys in mfr. of circuit boards remelting liq. is based on mixt. (I) of (A) 50-93 wt. % adduct (II) obtd. by reacting tri- to hexa- hydric 3-10C aliphatic alcohol (III) with 2-7 mols. 2-4C alkylene oxide (IV) per alcoholic gp. per mol. (II), proportion of ethylene oxide calculated on total amt. of (IV) being 60-100 mol. % and (B) 7-50 mol. % adduct (V) of straight chain or weakly branched monohydric aliphatic 9-13C alcohol and 5-25 mols. (III) where proportion of ethylene oxide based on total (III) is 80-100 mol. %. Also claimed is process for hot-tinning circuit boards wherein the boards are pretreated with flux based on (I).
 USE/ADVANTAGE - (I) as basis for fluxes and remelting liqs. in prepn. of circuit boards (claimed). (I) has high thermal stability, good wetting action on the boards, is readily miscible with water and readily washed off, has reduced tendency to form insol. carbonised prods., forms only small amt. of foam, and is readily biodegraded.
 O/O
 FS CPI EPI GMP1

Best Available Copy